

PAT-NO: JP404161843A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04161843 A  
TITLE: X-RAY MEASURING APPARATUS  
PUBN-DATE: June 5, 1992

INVENTOR-INFORMATION:  
NAME  
DOSHIYOU, AKIHIDE

ASSIGNEE-INFORMATION:  
NAME COUNTRY  
RIGAKU CORP N/A

APPL-NO: JP02287720  
APPL-DATE: October 25, 1990

INT-CL (IPC): G01N023/207  
US-CL-CURRENT: 378/73

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain many Debye rings for the length of cathode rays at the same time by intermittently rotating a sample in the direction of the length of the cathode rays in a position-sensitive-type X-ray detector, and measuring the intensity of the X rays from the sample.

CONSTITUTION: The X-rays are emitted from an X-ray source 2 on a sample 3. The diffracted X-rays are received in the inside of an outer tube 9 through a slit 7 of a position-sensitive-type X-ray detector 6. Gas molecules are ionized by the X-rays which are cast into the outer tube. The ions are accelerated with wire electrodes 10 and 11 and reach the vicinity of an anode

12. The positive voltages which are generated at cathodes 14a, 14b, ...14n are inputted into an operating device 15. At this time, the sample 3 is rotated in the direction of an arrow C by a minute step angle with a sample rotating and driving means 5. In this way, many Debye rings along the broad range of the samples can be obtained at the same time, and the state of the crystal and the like can be judged in excellent accuracy.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A) 平4-161843

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>  
G 01 N 23/207識別記号 庁内整理番号  
7172-2J

⑬ 公開 平成4年(1992)6月5日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全6頁)

⑭ 発明の名称 X線測定装置

⑯ 特 願 平2-287720

⑰ 出 願 平2(1990)10月25日

⑱ 発 明 者 土 性 明 秀 東京都昭島市松原町3-9-12 理学電機株式会社拝島工場内

⑲ 出 願 人 理学電機株式会社 東京都新宿区西新宿4-15-3

⑳ 代 理 人 弁理士 横川 邦明

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

X線測定装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) 試料を所定ステップ角度ごとに間欠回転させる試料回転駆動手段と、

試料を中心とする円軌跡に沿って配設される位置敏感型X線検出器とを有しており、

上記位置敏感型X線検出器は、

上記試料を中心とする円軌跡に沿って張設されていて上記試料で回折したX線によって電圧を誘起する陰極線と、

その陰極線と上記試料との間に配置されていて試料で回折したX線の通過を規制するスリットを備えたスリット部材と

を有することを特徴とするX線測定装置。

(2) 試料を所定ステップ角度ごとに間欠回転させる試料回転駆動手段と、

試料を中心とする円軌跡を含むように湾曲し

た状態で配設された蓄積性蛍光体と、

その蓄積性蛍光体と上記試料との間に配置されていて上記試料で回折したX線の通過を規制するスリットを備えたスリット部材と、

上記蓄積性蛍光体を上記試料の間欠回転に同期させて平行移動させる蛍光体移動手段とを有することを特徴とするX線測定装置。

(3) スリット部材に形成された上記のスリットは、試料に近い中央部の幅が広く、試料から遠い両端部が狭くなっていることを特徴とする請求項1または2記載のX線測定装置。

## 3. 発明の詳細な説明

## [産業上の利用分野]

本発明は、試料の結晶状態、例えば結晶粒子の大小、格子歪の有無、配向の有無などを測定するためX線測定装置に関する。

## [従来の技術]

試料の結晶状態を判定する方法として、いわゆるデバイズを用いる方法が知られている。

一般に、試料にX線を照射すると、そのX線は

その試料で回折する。そしてこの回折X線は、中心角が異なる多数の円錐を形成しながら進行する。この円錐を平板状のフィルムで受けると、入射X線の位置を中心とする同心円状の回折線模様を得られる。この回折模様がデバイ環と呼ばれるものであり、このデバイ環を観察することにより、結晶配向の有無その他の結晶状態を判定することができる。

従来、デバイ環を測定する方法としては、上記のように回折X線によって平板状のフィルムを感光させることによって視覚的にデバイ環を得るという方法以外に、試料のまわりのある一点にX線強度検出器を固定配置しておき、試料を所定ステップ角度ごとに間欠回転させながら各角度におけるX線強度を計測することにより、デバイ環を数値的に得るという方法も既に知られている。

#### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上述した従来の各測定方法においては、単に1つの平面内のデバイ環だけしか測定することができず、試料の広範囲にわたっての

れていて上記試料で回折したX線によって電圧を誘起する陰極線と、その陰極線と上記試料との間に配置されていて試料で回折したX線の通過を規制するスリットを備えたスリット部材とを有している。

また、第2のX線測定装置は、試料を所定ステップ角度ごとに間欠回転させる試料回転駆動手段と、試料を中心とする円軌跡を含むように湾曲した状態で配設された蓄積性蛍光体と、その蓄積性蛍光体と上記試料との間に配置されていて上記試料で回折したX線の通過を規制するスリットを備えたスリット部材と、上記蓄積性蛍光体を上記試料の間欠回転に同期させて平行移動させる蛍光体移動手段とを有している。

#### 【作用】

請求項1記載のX線測定装置においては、位置敏感型X線検出器内に設けられている陰極線の長さ方向の各位置において、試料からの回折X線強度が測定される。この状態で試料が間欠的に回転されることにより、陰極線の長さ分に相当する範

測定ができなかった。仮に、そのような広範囲にわたっての測定を行おうとすれば、一つの平面内についてのデバイ環検出が終了した後に、平板状フィルムあるいはX線強度検出器の配置位置を試料へのX線入射方向に沿って少しづつ変更させながら、何回も測定を繰り返して行わなければならない、測定時間が極めて長くなるという欠点があった。

本発明は、従来のX線測定装置における上記の欠点に鑑みてなされたものであって、試料から回折するX線の状態を広範囲にわたって、しかも短時間の間に測定することのできるX線測定装置を提供することを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するため、本発明に係る第1のX線測定装置は、試料を所定ステップ角度ごとに間欠回転させる試料回転駆動手段と、試料を中心とする円軌跡に沿って配設される位置敏感型X線検出器とを有している。位置敏感型X線検出器は、上記試料を中心とする円軌跡に沿って張設さ

圈内に存在する多数のデバイ環が、陰極線から電圧の形で数値的に取り出される。

請求項2記載のX線測定装置においては、位置敏感型X線検出器に代えて、蓄積性蛍光体を円弧状に湾曲させた状態で配設する。この蓄積性蛍光体とは、層状性蛍光体とも呼ばれるものであって、X線などの放射線がそれに照射されるとその内部にエネルギーが蓄積され、その後、その部分にレーザなどといった層状励起光が照射されると、蓄積された上記のエネルギーが光として外部に放出されるという性質を持った物質である。

この蓄積性蛍光体は、試料の間欠回転に同期して平行移動されるので、蓄積性蛍光体の幅方向の範囲内に存在する多数のデバイ環に相当するエネルギーが、その蛍光体の内部に平面的に蓄積される。

#### 【実施例】

第1図はX線検出手段として位置敏感型X線検出器を用いた場合の本発明の一実施例を概略的に示している。

同図において、X線源1から放出されたポイン

ト状X線Pは、コリメータ2によって集束された後、試料、例えば多結晶から成る試料3に入射する。入射したX線は試料3で回折するが、通常、その回折X線は、中心角が異なる多数の円錐を形成しながら進行する。図では、それら多数のX線のうちの2つP1およびP2を例にあげて示している。

ところで、仮に図のX位置およびY位置に平板状フィルムを置き、これらの各フィルムを上記の回折X線P1およびP2によって感光させれば、それらのフィルム上にそれぞれAおよびBで示すような円環状のX線図形、いわゆるデバイ環が得られる。

試料3は試料支持軸4によって支持されており、その支持軸4は回転駆動手段5に駆動連結されている。この回転駆動手段5は、試料3を入射X線の進行路L1を中心として矢印Cのように回転させる。この回転は、例えば、数秒～数百秒おきに所定ステップ角度、例えば0.5秒づつ回転させるといった、いわゆる間欠回転である。

第3図において、外筒9の左端にはガス流入口17が設けられ、一方その右端にはガス流出口18が設けられている。外筒9の内部は、ガス流入口17から導入されてガス流出口18を介して排出される反応ガスによって満たされている。

以下、上記構成より成るX線測定装置の作用について説明する。

第1図において、試料3を静止させておいてX線源1からのX線をその試料3へ入射させる。この入射X線は、試料3内の結晶格子面の配向、粒度などに応じて種々の方向に回折する。こうして得られる回折X線の一部は、位置敏感型X線検出器6のスリット7を介してその外筒9の内部へ取り込まれる。回折X線が外筒9の内部へ入射すると、ガス分子がイオン化され、この初期イオン化により生じた電子が各ワイヤ電極10、11によって加速されてアノード12付近に到達する。そしてこの電子は、局所的ななだれ現象を生じてアノード12に捕獲される。このなだれが生じると、近接する陰極14a、14b、……、14nに

試料3のまわりには、円弧状に湾曲した位置敏感型X線検出器6が固定して配置されている。この位置敏感型X線検出器6は、第2図に示すように、試料3に対向する面に形成されたX線取り込み用のスリット7を備えたスリット部材8と、そのスリット部材8と一体を成す外筒9とを有している。

外筒9の内部には、第3図に示すように、スリット7に沿う方向に、タングステンワイヤによって形成されたドリフト電場設定用陰極10、グリッド11、そしてアノード12が張設されている。アノード12の奥側(図の上側)には陰極線13が張設されており、その陰極線13には、一定間隔をおいて多数の陰極14a、14b、……、14nが設けられている。陰極線13の両端は演算装置15に接続されており、さらにその演算装置15には、プロッタ、CRTなどといった表示装置16が接続されている。陰極線13は、第1図に示すように、試料3を中心とする円軌跡Qに沿って配設されている。

正のバルス電圧が誘起され、その電圧信号は陰極線13の両端から取り出されて演算装置15へ入力される。この場合、なだれが生じる位置、すなわちX線の入射位置が陰極線13の両端から等しくないときは、その陰極線の両端からの信号は時間的にずれて取り出されることになる。演算装置15は、その時間的なずれに基づいてX線入射位置を判定し、対応するアドレスの記憶場所に信号を記憶する。この電気処理は、試料3が静止している数秒～数百秒の間積算的に行われる。従って、その処理時間の間に、各陰極14a、14b、……、14nにおけるX線強度が測定される。

以上の処理が終了すると、試料回転駆動手段5によって試料3が微小ステップ角度、例えば0.5秒程度、矢印C方向へ回転させられ、上述したX線強度測定が再び行われる。その後、試料3が1回転、すなわち360°回転するまで同様の測定が繰り返して実行される。

以上の処理が終了すると、第1図における陰極線13上の各陰極、例えば14xおよび14yの

2点は、その位置に対応するそれぞれのデバイ環AおよびBをX線強度のかたちで測定したことになる。その測定結果は、演算装置15内の対応するアドレスの記憶場所に記憶される。演算装置15は適宜のタイミングでその記憶結果、すなわち測定結果を表示装置16へ出力する。

表示装置16は演算装置15から送られた上記の測定結果を、例えば第4図のような形で表示する。第4図に示したグラフにおいて、縦軸は試料3の回転角度位置を示しており、横軸は陰極線13上の各位置、すなわち陰極14a、14b、……、14nの各位置を示している。例えば、陰極線13上の2点14xおよび14yにおけるデバイ環AおよびBは、第3図のグラフ上では、曲線aおよびbとして表示される。このように曲線a、bのように数値化されたデバイ環A、Bを観察することにより、試料3の結晶配向、結晶粒子の大小などを判定することができる。

以上の説明では理解を助けるために、陰極線13上の2つの陰極14x、14yを例にあげたが、

周長の長いデバイ環および端部に位置する外周周長の短いデバイ環のいずれに対してもスリット7の幅が等しいということになる。このような事態が生じると、特に端部に位置するデバイ環に関して、デバイ環周長の単位長さに対するスリット幅が、中央部に位置するデバイ環に比べて広くなり過ぎ、その結果、不要な散乱X線成分をも取り込んでしまうことになって、いわゆる分解能が低下してしまう。

これに対して、本実施例のようにスリット7の幅を中央部で広く、かつ両端部で狭くしておけば、全てのデバイ環A、B、……についての分解能が均一となり、測定精度が向上する。

第6図は、本発明の他の実施例を示している。この実施例が第1図に示した先の実施例と異なる点は、X線検出手段として位置敏感型X線検出器6を用いるのに代えて、蓄積性蛍光体19を用いたことである。この蓄積性蛍光体19は、第1図における陰極線13と同様に、試料3を中心とする円軌跡Qに沿って湾曲した状態で設けられてい

より多くの陰極14a、14b、……、14nからデータを採取して判定に供することにすれば、試料3を広範囲にわたって正確に観察することができる。また、このような広範囲の測定は、試料3を矢印C方向(第1図)へ1回転させる間に同時に行われるので、測定に要する時間を極めて短くすることができる。

なお、位置敏感型X線検出器6を構成するスリット部材8に設けられているX線取り込み用スリット7は、第2図に示すように中央の幅が広く両端の幅が狭い形状になっていることが好ましい。その理由は次の通りである。

第1図において、試料3で回折した回折X線によって形成される多数のデバイ環A、B、……によって形成される仮想の球体(円軌跡Qを含む球体)は、当然のことながら試料3に近い中心部の断面の径が大きく、試料3から離れるに従ってその断面の径が小さくなってゆく。従って、仮に、第5図に示すように、スリット7の幅を全長にわたって均一にしておくと、中央部に位置する外周

る。

蓄積性蛍光体19の両側端は、平行駆動機構20aおよび20bによって支持されている。これらの平行駆動機構20a、20bは、試料3がX線入射方向L1を中心としてC方向へ間欠回転されるのに同期させて、蓄積性蛍光体19を適宜のステップ距離幅で図の上方へ間欠的に平行移動させるようになっている。

蓄積性蛍光体19と試料3との間には、第1図に示した実施例の場合と同様にして、スリット7を備えたスリット部材8が固定して配置される。

この実施例によれば、試料3を間欠回転させ、それと同期させて蓄積性蛍光体19を間欠的に平行移動させながら、試料3にX線が入射される。試料3で回折したX線はスリット7を通過して蓄積性蛍光体19を感光し、該部にX線強度の大きさに対応したエネルギーが蓄積される。従って、試料3がX線入射軸線L1のまわりに1回転すると、蓄積性蛍光体19の内部には、第4図に示すような、各デバイ環に関してのX線強度分布がエネル

蓄積量の大きさの違いによって記憶される。

このエネルギー蓄積量の大きさの違いは、直接視認することはできない。しかしながら、蓄積性蛍光体19をレーザなどといった輝度励起光で走査すれば、蛍光体19内の各位置に蓄積されたエネルギーが光として外部へ放出されるので、その放光の光量を逐次、読み取ることにより、第4図に示したものと同様なデバイ環測定を行うことができる。

以上、好ましい実施例をあげて本発明を説明したが、本発明はそれらの実施例に限定されるものではない。

例えば、試料3を間欠回転させるための回転駆動手段は、第1図に符号5で簡略化して示してあるが、その具体的な構造はどのようなものであってもよい。

第6図において、蓄積性蛍光体19を間欠的に平行移動させるための駆動手段20a、20bの具体的な構造も任意に選定できる。

第2図あるいは第6図において、スリット7は

その幅が固定設定されていて変更不能であってもよいが、好ましくは、その幅が変更できるようになっているとよい。このように構成すれば、スリット7の幅を試料3からの回折X線に適合させて微調整することができる。

#### [発明の効果]

本発明によれば、試料を1回転させるという短時間の間に、その試料の広範囲にわたる多数のデバイ環を同時に得ることができる。従って、短時間の間に試料の結晶状態、例えば結晶粒子の大小、格子歪の有無、配向の有無などを極めて精度良く判定することができる。

特に、請求項3の装置によれば、多数のデバイ環を得るにあたっての分解能が、全てのデバイ環について均一となり、より一層精度の良い測定が可能となる。

#### 4. 図面の簡単な説明

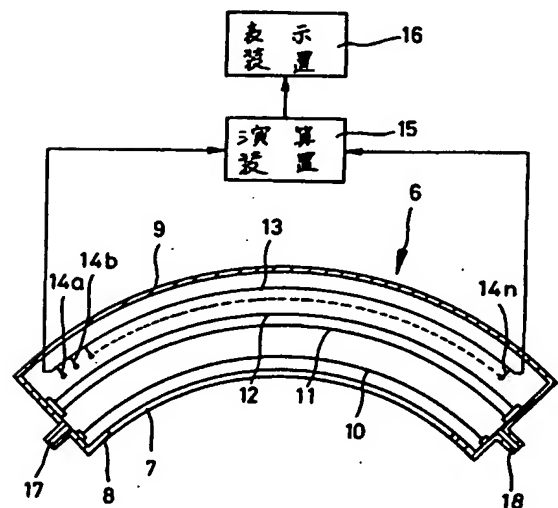
第1図は本発明に係るX線測定装置の一実施例を示す概略平面図、第2図は位置敏感型X線検出器の一例を示す斜視図、第3図はその位置敏感型

X線検出器の内部を示す平面断面図、第4図は上記X線測定装置による測定結果の一例を示すグラフ、第5図は従来の位置敏感型X線検出器を示す側面図、第6図は本発明に係るX線測定装置の他の実施例を示す斜視図である。

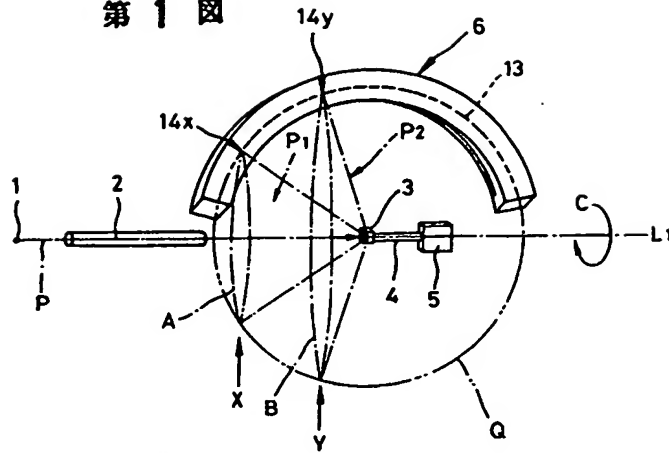
3…試料、5…試料回転駆動手段、Q…円軌跡、6…位置敏感型X線検出器、13…陰極線、7…スリット、8…スリット部材、19…蓄積性蛍光体、20a、20b…蛍光体移動手段

出願人 理学電機株式会社  
代理人 弁理士 横川邦明

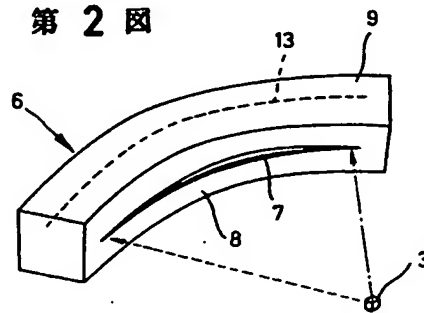
第3図



第 1 図

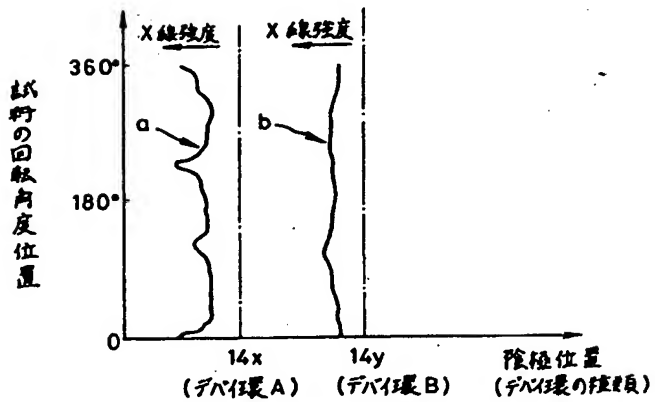


第 2 図

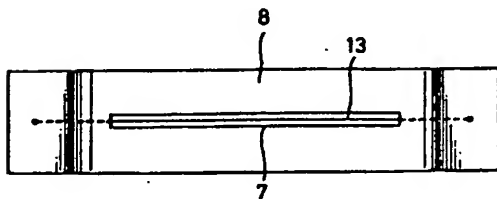


- 3 : 試料  
6 : 試料回転駆動手段  
7 : スリット  
8 : スリット部材  
13 : 陰極線  
Q : 円軌跡

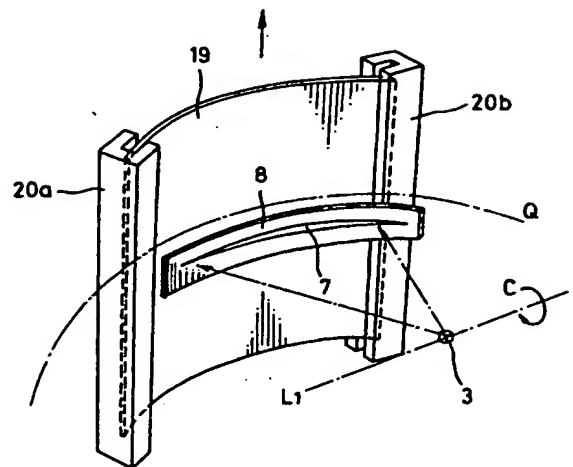
第 4 図



第 5 図



第 6 図



- 19 : 蓄積性蛍光体  
20a, 20b : 蛍光体移動手段